

JP53-014101

Patent number: **JP53-014101**

Patented date: **1978-05-15**

Publication number: **JP49-082745**

Publication date: **1974-08-09**

Application number: **JP47-125852**

Application date: **1972-12-14**

Inventor: **WADA Masahiro
DATE Masakazu**

Applicant: **Toyo Boseki K.K.**

特許公報

昭53-14101

⑪Int.C1²C 08 L 67/02
C 08 J 3/04//
D 06 M 15/48

識別記号

⑫日本分類

25(1) D 32
25(1) A 121.11
48 D 0

厅内整理番号

⑬公告 昭和53年(1978)5月15日

7438-48
6358-48
7107-47

発明の数 1

(全 3 頁)

1

2

⑭共重合ポリエステルの乳化方法

⑪特 願 昭47-125852
 ⑫出 願 昭47(1972)12月14日
 公開 昭49-82745
 ⑬昭49(1974)8月9日
 ⑭発明者 和田正弘
 守口市下島町7
 同 伊達雅和
 高槻市松ガ丘4の2の5
 ⑮出願人 東洋紡績株式会社
 大阪市北区堂島浜2の1の9

⑯特許請求の範囲

1 酸成分としてテレフタール酸とイソフタール酸および/または脂肪族ジカルボン酸を用い、アルコール成分として炭素数2~6個の直鎖グリコールと炭素数2~6個の側鎖グリコールおよび/または炭素数2~6個のエーテルグリコールを用いた極限粘度0.4以上の共重合ポリエステルをベンゼン、トルエン、メチルエチルケトン、酢酸エチル、ジオキサン、テトラヒドロフラン、トリクロレンのうちの1種またはそれ以上の溶剤に溶解し、この溶液にアミンとHLB値1.5以上の非イオン界面活性剤を含む水溶液を徐々に添加し、混合攪拌し、W/O型エマルジョンとすること。

発明の詳細な説明

本発明は共重合ポリエステルの乳化方法に関するものである。すなわち酸成分としてテレフタール酸とイソフタール酸および/または脂肪族ジカルボン酸を用い、アルコール成分として炭素数2~6個の直鎖グリコールと炭素数2~6個の側鎖グリコールおよび/またはエーテルグリコールを用いた極限粘度0.4以上の共重合ポリエステルを水で乳化してポリエスチルフィルムやポリエスチル繊維等と接着性のよい接着剤、繊維処理剤、表

面処理剤等の水乳化物を得るものである。

上記共重合ポリエステルは、従来トルエン、メチルエチルケトン等の有機溶剤に溶解して塗料、インキ、接着剤、コーティング剤として使用され、優れた性能を発揮している。しかし、有機溶剤を使用するために毒性、引火性の問題が最近クローズアップされてきた。そこで水乳化タイプのものが要求されるようになつたが、このような共重合ポリエステルは高分子量で、しかも疎水性の物質であるために一般的な方法では乳化が困難である。本発明者らは前記共重合ポリエステルを水で乳化分散させる方法につき試験研究の結果本発明に到達した。

すなわち本発明は、前記共重合ポリエステルをベンゼン、トルエン、メチルエチルケトン、酢酸エチル、ジオキサン、テトラヒドロフラン、トリクロレンのうちの1種またはそれ以上の溶剤に溶解し、この溶液にアミンとHLB値1.5以上の非イオン界面活性剤を含む水溶液を徐々に添加し、混合攪拌し、W/O型エマルジョンとするものである。

従来、分子量の大きなポリエステルを水に乳化分散させることはきわめて困難であつたが、本発明によつて初めて可能になつたものである。

本発明の方法を適用される共重合ポリエステルは、分子量がフェノール/四塩化炭素(6/4重量比)中の極限粘度にして0.4以上であり、前述のように酸成分としてテレフタール酸とイソフタール酸および/または脂肪族ジカルボン酸を用い、アルコール成分として炭素数2~6個の直鎖グリコールと炭素数2~6個の側鎖グリコールおよび/またはエーテルグリコールを用いた共重合ポリエステルであるが、上記脂肪族ジカルボン酸としてはアジピン酸、コハク酸、セバシン酸、ドデカンジオン酸またはそれらの低級アルキルエステルが使用される。また炭素数2~6個の直鎖グリコールとしてはエチレングリコール、1·4-ブタン

3

ジオール等が例挙され、炭素数2～6個の側鎖グリコールとしては、1・2-ブロビレングリコール、ネオベンチルグリコール、1・2-ブタンジオール等が例挙され、さらに炭素数2～6個のエーテルグリコールとしてはジエチレングリコール、トリエチレングリコール等が挙げられる。これらの共重合割合は酸成分の場合、テレフタール酸成分と他の酸成分とがモル比で80：20～20：80、またアルコール成分の場合、直鎖グリコールと他のグリコール成分とがモル比で80：20～20：80が好適である。

上記共重合ポリエステルをベンゼン、トルエン、メチルエチルケトン、酢酸エチル、ジオキサン、テトラヒドロフラン、トリクロレンの1種またはそれ以上、好ましくはベンゼンに溶解し、得られた溶液にアミンとHLB値1.5以上の非イオン界面活性剤を含有する水溶液を徐々に添加して混合攪拌するのであるが、この際使用するアミンにはモノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン等のアルカノールアミンが好適である。またHLB値が1.5以上の非イオン界面活性剤としては $C_{12}H_{25}O(CH_2CH_2O)_{40}H$ 、 $C_{18}H_{35}O(CH_2CH_2O)_{60}H$ 等の高級脂肪族アルコールのエチレンオキサイド付加物を始めとして高級脂肪酸エチレンオキサイド付加物、高級アルコールエチレンオキシド付加体の磷酸エステル等が例示される。これら添加剤の量はアミンが0.5～5%、非イオン界面活性剤が5～50%程度の濃度の水溶液を作ることが好ましい。またこの水溶液に添加するポリエステルの濃度は1.0～4.0%程度が好ましい。

このようにして得られた共重合ポリエステル水乳化分散液はポリエステルと親和性がよいため、ポリエステル製品の接着剤、繊維、フィルムの処理剤等としてきわめて有用である。

以下、実施例について説明する。ただし実施例中の部、%はすべて重量部、重量%をあらわす。

実施例 1

ジメチルテレフタレート7部、セバシン酸3部、エチレングリコール5.5部、ネオベンチルグリコール4.5部よりなる極限粘度が0.7の共重合ポリエステル(酸価2mgKOH/g)を製造し、このポリマー30部をメチルエチルトン14部、トルエン56部の混合溶剤に溶解した。別に、

4

$C_{12}H_{25}O(CH_2CH_2O)_{40}H$ の構造をもつ乳化剤12部、トリエタノールアミン1部を水20部に溶解した。後者の液を前者の液に攪拌しながら徐々に添加すると乳白色の粘稠なW/O型のエマルジョンを得た。このエマルジョンは1カ月以上放置しても分離することはなかつた。

実施例 2

ジメチルテレフタレート5部、ジメチルイソフタレート5部、エチレングリコール4.5部、ネオペンチルグリコール5.5部よりなる極限粘度が0.5の共重合ポリエステル(酸価3mgKOH/g)を製造し、上記ポリマー30部をベンゼン70部に溶解した。別に $C_{18}H_{35}O(CH_2CH_2O)_{60}H$ の構造をもつ非イオン活性剤12部とモノエタノールアミン1部を水20部に溶解し、後者の液を前者の液に攪拌しながら徐々に添加すると乳白色的粘稠なW/O型のエマルジョンを得た。このエマルジョンは1カ月以上放置しても分離することはなかつた。

実施例 3

ジメチルテレフタレート5部、セバシン酸3部、ジメチルイソフタレート2部、エチレングリコール5部、ジエチレングリコール5部よりなる極限粘度0.6の共重合ポリエステル(酸価1mgKOH/g)を重合し、上記ポリマー30部を酢酸エチル70部に溶解した。別に $C_{12}H_{25}O(CH_2CH_2O)_{50}H$ の構造をもつ非イオン乳化剤12部とトリエタノールアミン1部を水20部に溶解した。後者を前者の液に攪拌しながら添加し、乳白色的粘稠なW/Oタイプの安定なエマルジョンを得た。

実施例 4

250デニールのポリエステルフィラメントを経、緯方向に各々50本/インチの密度で打込んだ芯地用の平織物を実施例2の乳化液の1.0%水溶液(見かけ濃度)に浸漬後、マングルにて余剰の処理液を除き、生地重量に対して50%の処理液を残留させた。つづいて加熱して乾燥し、170℃で3分間の熱処理を行なつた。

比較のために、スミテックスレジンM-310%(住友化学工業社製メチロールメラミン樹脂)と触媒のスミテックスクアクセレーターAOX(住友化学社製有機アミン塩酸塩)2%を含む処理浴を用いて同様の加工を行なつた。

その結果、本発明の方法によるものは、厚み感

と弾性のある硬さが得られるが、比較例のものはペーパーライクな硬さであり、バイヤス方向に引張るとバリバリといふ音がする欠点を有している。また洗たく5回を行なつたものの硬さを比較すると比較例のものは硬さの低下が大きかつた。硬さをカンチレバーの測定値で示すと表1のとおりである。

表 1
カンチレバー測定値*1

	仕上り	*2 洗たく5回後
本発明の方法	100 mm	85 mm
比較例	100 mm	60 mm
未加工布	35 mm	33 mm

*1 JIS-L-1079-5-17法

*2 JIS-L-1042 F-1法

実施例 5

250デニール、48ファイラメントのポリエステルファイラメント糸を経方向に170本/インチ、緯方向に57本/インチを打ちこんだ綾織物を製織し、糊抜き、精練、染色した。

上記ポリエステル織物を実施例1の乳化液5%、ノランシリコンコンクS(信越化学社製シリコン樹脂乳化液)2%、触媒2%を含む液に浸漬し、つづいてマングルで絞り、生地重量に対して60%の処理液を残留させた。熱風乾燥したのち、170℃で3分間の熱処理を行なつた。

比較のためにノランシリコンコンクS(シリコン樹脂)2%、触媒2%のみを含む液で加工した。

上記2種の布で児童用の安全帽を試作したが、比較例の布の場合は、整形時に糸がスリップして縫目がほつれた。しかし、本発明の処理をしたものはほつれなかつた。撥水性はいずれも良好であつた。両試料について縫糸の滑脱抵抗を測定(JIS-L-1079-5-19法)したところ、表2の結果を得た。

上記2種の布で児童用の安全帽を試作したが、比較例の布の場合は、整形時に糸がスリップして縫目がほつれた。しかし、本発明の処理をしたものはほつれなかつた。撥水性はいずれも良好であつた。両試料について縫糸の滑脱抵抗を測定(JIS-L-1079-5-19法)したところ、表2の結果を得た。

表 2

10	本発明の方法	40 kg/インチ
15	比較例	20 kg/インチ
	染上り	25 kg/インチ

実施例 6

ポリエステル/綿(65/35)よりなる45番手の混紡糸を経方向に117本、緯方向に56本打込んだ平織物を製織した。糊抜、精練、シリケット、漂白、螢光染色したのち、実施例2の乳化液を用いて見かけ濃度3%の処理液中に浸漬し、マングルで生地重量に対して80%の処理液を残留させた。つづいて熱風乾燥し、160℃で3分間の熱処理を行ない、更にソーピングを行なつた。

25 このように処理した織物は麻のような風合を示し、かつ洗たく耐久性があつた。

⑥引用文献

- 30 特公昭44-2581
特公昭47-36036